

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平10-60331

(43) 公開日 平成10年(1998) 3月3日

(51) Int.Cl. <sup>6</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 0 9 D 11/00	P S Z		C 0 9 D 11/00	P S Z
11/02	P T G		11/02	P T G

審査請求 未請求 請求項の数 3 O L (全 10 頁)

(21) 出願番号	特願平8-213535	(71) 出願人	000000918 花王株式会社 東京都中央区日本橋茅場町1丁目14番10号
(22) 出願日	平成8年(1996) 8月13日	(72) 発明者	石井 萬壽亀 栃木県芳賀郡市貝町赤羽2606 花王株式会 社研究所内
		(72) 発明者	佐久間 正 栃木県芳賀郡市貝町赤羽2606 花王株式会 社研究所内
		(72) 発明者	柳 秀樹 栃木県芳賀郡市貝町赤羽2606 花王株式会 社研究所内
		(74) 代理人	弁理士 羽島 修 (外1名)

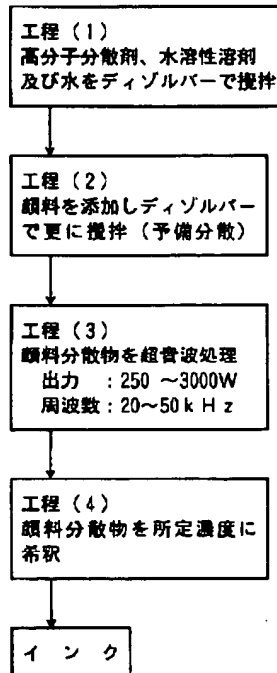
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 インクジェット記録用インクの製造方法

(57) 【要約】

【課題】 顔料の分散性が向上し、且つ粒径が均一となるように顔料を分散させることのできるインクジェット記録用インクの製造方法を提供すること。

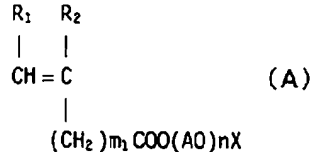
【解決手段】 本発明のインクジェット記録用インクの製造方法は、顔料、高分子分散剤、水溶性溶剤及び水を含む顔料分散体を、250～3000Wの出力及び20～50kHzの周波数の条件下にて超音波処理工程に付して、該顔料を分散させることを特徴とする。



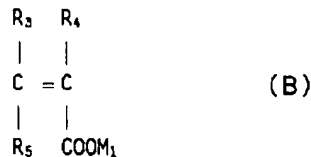
## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 顔料、高分子分散剤、水溶性溶剤及び水を含む顔料分散物を、250～3000Wの出力及び20～50kHzの周波数の条件下にて超音波処理工程に付して、該顔料を分散させることを特徴とするインクジェット記録用インクの製造方法。

【請求項2】 上記高分子分散剤が、(メタ)アクリル酸誘導体の共重合体である、請求項1記載のインクジェ\*



(式中、 $R_1$  及び  $R_2$  は水素原子又は低級アルキル基を示し同一又は異なってもよく、 $m_1$  は0～2の整数を示し、 $AO$ は炭素数2～3のオキシアルキレン基を示し、 $n$ は1～300の整数を示し、 $X$ は水素原子又は低級アルキル基を示す。)



(式中、 $R_3$ 、 $R_4$ 及び $R_5$ は水素原子、低級アルキル基又は $(CH_2)_{m_2} COOM_2$ を示し同一又は異なってもよく、 $M_1$ 及び $M_2$ は水素原子、アルカリ金属、アルカリ土類金属、アンモニウム又はアミンを示し同一又は異なってもよく、 $m_2$ は0～2の整数を示す。また、一般式(B)においては、その無水物も含む。)

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、インクジェット記録用インクの製造方法に関し、更に詳しくは、顔料の分散性が向上し、且つ粒径が均一となるように顔料を分散させることのできるインクジェット記録用インクの製造方法に関する。

## 【0002】

【従来の技術及び発明が解決しようとする課題】インク 40  
ジェット記録用の水系顔料インクは、一般に、水やアルコール類等の水性液媒体中に顔料及び分散剤等を予備分散させた顔料分散物を調製したのち、該顔料分散物をロールミルやサンドミル等の機械的分散機を用いて所定の程度にまで分散させる分散工程を行い、次いで所定の濃度に希釈することにより調製されている。

【0003】しかしながら、機械的分散機を用いる上記分散工程においては、インク中に粒径の大きな顔料がいつまでも潰れずに残る傾向にあり、粒径のそろった顔料を得ることは容易ではなかった。また、顔料自体の分散※50

\* ット記録用インクの製造方法。

【請求項3】 上記高分子分散剤が、下記一般式(A)で表される単量体(a)と、下記一般式(B)で表される単量体(b)とを重合して得られる共重合体である、請求項2記載のインクジェット記録用インクの製造方法。

## 【化1】

※性も決して満足できる程度のものとはいえなかった。このような顔料の粒径の不均一性や低分散性は、上記インクをインクジェット記録用インクとして用いる場合に大きな問題となる。

【0004】従って、本発明の目的は、顔料の分散性が向上し、且つ粒径が均一となるように顔料を分散させることのできるインクジェット記録用インクの製造方法を提供することにある。

## 【0005】

【課題を解決するための手段】本発明者らは鋭意検討した結果、顔料分散物の分散を機械的分散によらず、特定範囲の出力及び周波数の条件下における超音波を用いて行うことにより、上記目的を達成し得ることを知見した。

【0006】本発明は、上記知見に基づきなされたもので、顔料、高分子分散剤、水溶性溶剤及び水を含む顔料分散物を、250～3000Wの出力及び20～50kHzの周波数の条件下にて超音波処理工程に付して、該顔料を分散させることを特徴とするインクジェット記録

用インクの製造方法を提供することにより上記目的を達成したものである。

【0007】

【発明の実施の形態】以下、本発明のインクジェット記録用インクの製造方法の好ましい一実施形態を図面を参照して説明する。ここで、図1は、本発明のインクジェット記録用インクの製造方法の一実施形態のプロセスを表すフローチャートである。

【0008】図1に示す実施形態の製造方法は、高分子分散剤、水溶性溶剤及び水をディゾルバーで攪拌する工程(1)、顔料を添加しディゾルバーで更に攪拌(予備分散)する工程(2)、予備分散により得られた顔料分散物を所定の条件下の超音波処理工程に付して顔料を分散させる工程(3)、及び上記顔料分散物を所定の濃度に希釈する工程(4)を具備している。以下、これらの工程についてそれぞれ説明する。

【0009】上記工程(1)においては、高分子分散剤、水溶性溶剤及び水をディゾルバーで攪拌する。この場合、該高分子分散剤と、水溶性溶剤及び水の合計量との重量比は該高分子分散剤の溶解性と、高分子分散剤、水溶性溶剤及び水の混合物の出来上がり粘性(粘性が高いと容易に気泡が混入し、脱泡しづらくなる)との点から、前者：後者＝30：70～1：99とすることが好ましく、15：85～5：95とすることが更に好ましい。また、攪拌時間は、上記高分子分散剤が完全溶解するのに十分な時間であればよい。該高分子分散剤の溶解性は溶解温度に依存するが、通常の気温下では攪拌時間は10～60分であることが好ましく、15～45分であることが更に好ましい。

【0010】上記工程(2)においては、上記工程(1)で得られた高分子分散剤、水溶性溶剤及び水との混合物に、顔料を添加しディゾルバーで更に攪拌(予備分散)する。この場合、顔料の配合量は、攪拌後の予備分散物の粘度を考慮して、水溶性溶剤及び水の合計量との重量比で、顔料：水溶性溶剤及び水の合計量＝20：80～2：98とすることが好ましく、10：90～2：98とすることが更に好ましい。また、攪拌時間は、顔料表面への分散剤の浸透時間を考慮し、また吸着に平衡状態が考えられることから、30～120分であることが好ましく、30～60分であることが更に好ましい。本工程において得られた顔料分散物における顔料の濃度は、印字濃度に代表されるインクとしての諸々の印字品質、及び後工程の操作性の点から2～20重量%であることが好ましく、2～10重量%であることが更に好ましい。

【0011】上記工程(3)においては、上記工程(2)での予備分散で得られた顔料分散物中の顔料粒子を、超音波処理装置を用いて分散させる。上述の通り、機械的分散機を用いて顔料粒子の分散を行うと、インク中に粒径の大きな顔料がいつまでも潰れずに残る傾向に

あり、粒径のそろった顔料を得ることは容易ではなかったが、本発明に従い顔料粒子の分散を超音波処理により行うことにより、粒径の大きな顔料がいつまでも残るといったことが無くなり、顔料粒子の粒径も均一なものとなる。また、得られるインクにおける顔料の分散が非常に良好になり、また、顔料の粒径分布の再現性に優れたものとなる。

【0012】上記工程(3)における超音波処理の条件は、250～3000Wの出力及び20～50kHzの周波数とする。上記超音波処理における出力が250Wに満たないと分散の進行が遅くなり、顔料の分散に長時間を要するばかりか、粗大分子が分散せず粒径分布が広くなり、3000Wを超えると分散にとっては良好な結果となるが、インクの温度制御が困難になったり、これに因るインク物性の変化などの悪影響が出る。上記出力は300～2500Wであることが好ましく、500～2000Wであることが更に好ましい。また、上記超音波処理における周波数は、通常の超音波処理において用いられる周波数よりも高いものであり、該周波数が20kHzに満たないとやはり先にも述べた通り分散が進行せずに、粒径分布が不安定になりやすい傾向にあり、50kHzを超えると顔料の再凝集が起こりやはり分散が不安定になり、所望の粒径分布が得られなくなる。

【0013】上記工程(3)における超音波処理の印加エネルギーは、上記顔料分散物における顔料の種類等に依存するが、0.1～100W/kgであることが好ましく、1～50W/kgであることが更に好ましい。超音波処理の印加エネルギーが0.1W/kgに満たないと特に粗大分子の分散が充分に進行せず、粒径分布が広くなることがあり、100W/kgを超えると顔料の分散の進行よりも液温度の上昇が厳しくなり、インク物性、及び粒径分布が目標よりずれることがあるので上記範囲内とすることが好ましい。

【0014】上記工程(3)における超音波処理は、顔料粒子の分散性を高めるために、所定の出力、周波数及び印加エネルギーにて1回の工程を行い、これを複数回繰り返してもよい。

【0015】上記工程(4)においては、上記工程(3)において顔料粒子が分散された顔料分散物を所定の濃度に希釈してインクを得る。斯かる希釈により、各成分の濃度を最終的なインクの濃度とする。希釈は、所定量の上記顔料分散物を、少なくとも所定量の高分子分散剤、水溶性溶剤及び水と混合することにより行うことが好ましい。

【0016】本発明の製造方法は、上記実施形態に制限されず、本発明の趣旨を逸脱しない限り種々の変更形態が可能である。例えば、本発明の製造方法においては、超音波処理工程は上記工程(3)において行うことが最も効果的であるが、上記工程(3)以外の工程において、又は上記工程(3)及び他の工程において超音波処

理を行ってもよい。また、上記実施形態の製造方法においては、超音波処理工程に加えてロールミルやサンドミル等の機械的分散機を併用した分散工程を行ってもよい。また、上記実施形態の製造方法においては、上記工程(4)の後に、インクを遠心分離機で遠心分離(例えば、2500G、20分間)することも好ましい。斯かる遠心分離によって好ましくは2 $\mu$ m以上、更に好ましくは1 $\mu$ m以上の粒子が除去され、目詰まりのないインクが得られるので好ましい。また、上記実施形態の製造方法においては、上述の成分に加えて必要に応じて後述

10 する各種成分を添加してインクを製造してもよい。例えば、上記工程(1)においては、高分子分散剤及び水溶性溶剤に加えて、アニオン界面活性剤等の界面活性剤やpH調整剤等を、水と共に攪拌してもよい。

【0017】次に、本発明の製造方法によって製造されるインクに用いられる各種成分について説明する。

【0018】上記インクにおける水(望ましくはイオン交換水)は、媒体として用いられるものであり、インク中に70~98重量%配合されることが好ましく、85~95重量%配合されることが更に好ましい。

【0019】上記水溶性溶剤は、湿潤剤ないし保湿剤としての機能を有するものであればその種類に特に制限は無く、例えばエチレングリコール、プロピレングリコール、ジエチレングリコール、トリエチレングリコール、テトラエチレングリコール及びポリエチレングリコール等のグリコール類；グリセリン；ジエチレングリコールジエチルエーテル、ジエチレングリコールモノブチルエーテル、エチレングリコールモノメチルエーテル、エチレングリコールモノエチルエーテル、エチレングリコールモノブチルエーテル、メチルカルビトール、エチルカルビトール、ブチルカルビトール、エチルカルビトールアセテート、ジエチルカルビトール、トリエチレングリコールモノメチルエーテル、トリエチレングリコールモノエチルエーテル、及びプロピレングリコールモノメチルエーテル等の多価アルコールのエーテル類、アセテート類；チオジグリコール；N-メチル-2-ピロリドン；1,3-ジメチルイミダゾリジノン；トリエタノールアミン；ホルムアミド；ジメチルホルムアミド等の含窒素化合物類、ジメチルスルホキシドの一種又は二種以上を使用することができる。上記水溶性溶剤はインク中に0.1~30重量%配合されることが好ましく、0.1~15重量%配合されることが更に好ましい。

【0020】上記顔料は、その種類に特に制限は無く、例えば、カーボンブラック；C. I. ピグメント・イエロー1、5、12、14、17、24、42、53、83、95、97、98及び100；C. I. ピグメント・レッド1、3、4、5、17、22、31、48、49、53、63、64、81：1、88及び101；C. I. ピグメント・ブルー1、15、16、27、28、29、56、60及び63並びに；C. I. ピグ

10 ント・ブラック1及び11等を用いることができ、特に、カーボンブラックを用いることが好ましい。上記顔料は、インク中に1~15重量%配合されることが好ましく、2~10重量%配合されることが更に好ましい。該顔料の配合量が1重量%に満たないと印字濃度が不十分であり、15重量%を超えて使用しても印字濃度の大幅な向上が図れないので、上記範囲内とすることが好ましい。また、上記顔料は、インクの保存安定性向上の点から、その平均粒径が0.05~3 $\mu$ mであることが好ましく、0.05~1 $\mu$ mであることが更に好ましい。

【0021】本発明の製造方法で製造されたインクを用いて減法混色法によりカラー印刷を行う場合には、黒色、イエロー、マゼンタ、及びシアンそれぞれの顔料を含有する4種類のインクからなる水系顔料インクセットを用いることが好ましい。この場合、黒色顔料としてカーボンブラックを用い、イエロー顔料としてC. I. ピグメント・イエロー17及び83から選ばれる顔料を用い、マゼンタ顔料としてC. I. ピグメント・レッド48：3、83及び122から選ばれる顔料を用い、シアン顔料としてC. I. ピグメント・ブルー15：3を用いると、色再現性が向上するので好ましい。

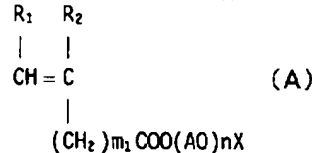
【0022】上記高分子分散剤としては、インク中における顔料の分散性を向上させ得るものが用いられる。該高分子分散剤としては、ゼラチン、カゼイン等のタンパク質、アラビアゴム等の天然ゴム、サポニン等のグルコキシド、アルキルセルロース、カルボキシアルキルセルロース、ヒドロキシアルキルセルロース等のセルロース誘導体、リグニンスルホン酸塩、セラック等の天然高分子、ポリアクリル酸塩、スチレン-アクリル酸共重合物塩、ビニルナフタレン-アクリル酸共重合物塩、スチレン-マレイン酸共重合物塩、ビニルナフタレン-マレイン酸共重合物塩、 $\beta$ -ナフタレンスルホン酸ホルマリン縮合物のナトリウム塩、ポリリン酸等の陰イオン性高分子、ポリビニルアルコール、ポリビニルピロリドン、ポリアルキレングリコール等の非イオン性高分子等を用いることができる。これらは単独で又は二種以上を組み合わせ用いることができる。

【0023】特に上記高分子分散剤として、(メタ)アクリル酸誘導体の共重合体を用いると、上記工程(3)における顔料の分散性が一層向上し、顔料の粒径分布の再現性が一層向上し、更にインクの長期間保存安定性が向上するので好ましい。該(メタ)アクリル酸誘導体の共重合体は、アクリル酸若しくはメタアクリル酸又はその誘導体のみが共重成分として用いられているものであってもよく、或いはアクリル酸若しくはメタアクリル酸又はその誘導体と、重合性を有する単量体とが共重成分として用いられているものであってもよい。(メタ)アクリル酸の誘導体としては、そのアルカリ金属塩、アルカリ土類金属塩、アンモニウム塩若しくはアミン塩及びエステル、並びに二重結合炭素に結合する水素

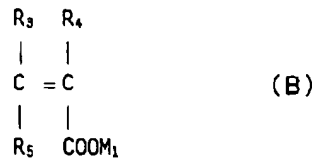
7

原子が各種官能基（例えばカルボキシル基やカルボキシルアルキル基）で置換された化合物（例えば、マレイン酸、イタコン酸、シトラコン酸及びフマル酸）等が挙げられる。特に、立体障害性を発現し得る程度の鎖長の側鎖を上記共重合体に導入し得る（メタ）アクリル酸の誘導体が好ましい。

【0024】（メタ）アクリル酸誘導体の共重合体とし\*



（式中、 $R_1$  及び  $R_2$  は水素原子又は低級アルキル基を示し同一又は異なってもよく、 $m_1$  は0～2の整数を示し、 $AO$ は炭素数2～3のオキシアルキレン基を示し、 $n$ は1～300の整数を示し、 $X$ は水素原子又は低級アルキル基を示す。）



（式中、 $R_3$ 、 $R_4$ 及び $R_5$ は水素原子、低級アルキル基又は $(CH_2)_{m_2} COOM_2$ を示し同一又は異なってもよく、 $M_1$ 及び $M_2$ は水素原子、アルカリ金属、アルカリ土類金属、アンモニウム又はアミンを示し同一又は異なってもよく、 $m_2$ は0～2の整数を示す。また、一般式（B）においては、その酸無水物も含む。）

【0026】上記共重合体（I）について詳述すると、上記一般式（A）において、 $R_1$  及び  $R_2$  は、上述の通り水素原子又は低級アルキル基（好ましくはC1～C3）を示し、同一でも異なってもよい。特に、 $R_1$  及び  $R_2$  が両方とも水素原子であるか又は $R_1$  が水素原子で $R_2$  がメチル基であることが好ましい。 $m_1$  は、0～2の整数を示し、好ましくは0又は1である。 $AO$ は、炭素数2～3のオキシアルキレン基（即ち、オキシエチレン基又はオキシプロピレン基）を示し、好ましくはオキシエチレン基である。 $n$ は1～300の整数を示し、好ましくは2～150の整数であり、更に好ましくは4～130の整数である。 $n$ が0であると分散安定性を十分発揮できず、 $n$ が300を超えるとインクの粘度が上昇し、例えばインクジェットプリンタに用いた場合に吐出挙動に悪影響を及ぼすことがある。 $X$ は水素原子又は低級アルキル基（好ましくはC1～C5）を示し、好ましくは水素原子、メチル基又はエチル基である。

【0027】上記一般式（A）で表される化合物として好ましいものの具体例としては、メトキシポリエチレングリコール、メトキシポリエチレンポリプロピレングリ

8

\*で特に好ましく用いられるものは、下記一般式（A）で表される単量体（a）と、下記一般式（B）で表される単量体（b）とを重合して得られる共重合体〔以下、この共重合体を「共重合体（I）」という〕である。

【0025】

【化2】

※コール、エトキシポリエチレングリコール、エトキシポリエチレンポリプロピレングリコール、プロポキシポリエチレングリコール、プロポキシポリエチレンポリプロピレングリコール等の片末端アルキル封鎖ポリアルキレングリコールとアクリル酸、メタクリル酸又は脂肪酸の脱水素（酸化）反応物とのエステル化物や、アクリル酸、メタクリル酸又は脂肪酸の脱水素（酸化）反応物へのエチレンオキシド、プロピレンオキシド付加物が挙げられる。上記一般式（A）で表される化合物において、エチレンオキシド及びプロピレンオキシドの双方を付加させる場合には、ランダム付加、ブロック付加、交互付加等のいずれでも用いることができる。この場合、エチレンオキシドとプロピレンオキシドとの付加モル比（前者：後者）は、10：90～90：10であることが望ましく、10：90～60：40であることが更に望ましい。

【0028】上記一般式（B）で表される化合物としては、不飽和モノカルボン酸及びその塩並びに不飽和ジカルボン酸及びその塩が挙げられる。具体的には、アクリル酸、メタクリル酸及びクロトン酸並びにこれらの金属

塩や、不飽和ジカルボン酸系単量体であるマレイン酸、イタコン酸、シトラコン酸及びフマル酸並びにこれらのアルカリ金属塩、アルカリ土類金属塩、アンモニウム塩及びアミン塩並びにこれらの酸無水物である無水マレイン酸、無水イタコン酸及び無水シトラコン酸が挙げられる。

【0029】上記共重合体(I)においては、上記単量体(a)及び(b)のモル比〔単量体(a)/単量体(b)〕が0.1/100~100/100であることが好ましく、1/100~70/100であることが更に好ましい。該単量体(a)の比率がこれよりも小さいと分散保存安定性が損なわれ、該単量体(a)の比率がこれよりも大きいと水に対する溶解性が低下して分散性が低下する虞れがある。即ち、該単量体(a)及び(b)のモル比をかかる範囲内とすることにより、分散性に優れた分散保存安定性に優れた高分子分散剤となるので好ましい。

【0030】上記共重合体(I)においては、その高分子分散剤としての機能を損なわない範囲内で他の共重合可能な単量体を共重成分として更に用いてもよい。該単量体としては、(メタ)アクリロニトリル、(メタ)アクリルアミド、スチレン、スチレンスルホン酸等が挙げられる。

【0031】上記単量体(a)及び(b)の共重合様式は、ランダム共重合、ブロック共重合、交互共重合、グラフト共重合の共重合様式をとることができ、得られる共重合体(I)の高分子分散剤としての機能を損なわない限り特に制限されない。

【0032】上記共重合体(I)は、高分子量になると増粘して取り扱い性に劣ること及びインクにした時にインクの粘度が上昇しインクの性能を低下させるという虞れがあることからその重量平均分子量が5000~20万であることが望ましく、5000~7万であることが更に望ましい。

【0033】特に、上記共重合体(I)の中でも、分散性及び分散物の保存安定性の点から、1分子当たりオキシアルキレン基を好ましくは1~300個、更に好ましくは2~150個、一層好ましくは4~130個導入したポリアルキレングリコールモノエステル系単量体〔特に、(メタ)アクリル酸のポリアルキレングリコールエステル又はアルコキシポリアルキレングリコールエステル〕と(メタ)アクリル酸系単量体とを重合して得られる共重合体を用いることが望ましい。

【0034】上記共重合体(I)の調製方法は、該共重合体(I)の高分子分散剤としての機能を損なわない限り特に制限されず、従来公知の調製方法が用いられる。調製方法の具体例としては、特開平7-223852号公報の第4欄42行~第5欄11行に記載の方法等が挙げられる。

【0035】上記高分子分散剤として(メタ)アクリル

酸誘導体の共重合体、特に上記共重合体(I)を用いることにより上記工程(3)における顔料の分散性が特に向上する理由は定かではないが、下記の通りであると推察される。即ち、上記共重合体(I)はインクにおいて、その分子中における電荷を有する部位(例えばカルボニル部位)が顔料表面に吸着すると共に側鎖のポリオキシアルキレン基が外方を向いた状態で該顔料の表面を取り囲んでいる。該ポリオキシアルキレン基は鎖長が長く立体障害性が高いので、顔料同士の凝集が該ポリオキシアルキレン基によって阻害される。その結果、上記工程(3)における顔料の分散性や保存安定性が向上すると考えられる。上記ポリオキシアルキレン基による立体障害性は、インクのpHが高い場合に特に顕著に発現するので、後述するようにインクのpHを高い領域に設定することが好ましい。

【0036】上記高分子分散剤は、インク中に0.05~10重量%配合されることが好ましい。該高分子分散剤の配合量が0.05重量%に満たないと顔料を十分に安定させるだけの配合量に達していないので保存安定性に欠けることがあり、10重量%を超えると分散性や保存安定性がそれ以上向上しないばかりかインクの粘度を上昇させてしまうことがある。該高分子分散剤の配合量は、0.1~4重量%であることが更に好ましく、0.5~3重量%であることが一層好ましい。

【0037】本発明の製造方法で製造されるインクには、上記成分に加えて以下に述べる成分を必要に応じて配合することもできる。

【0038】上記インクにおいては、上記高分子分散剤と共に分散性向上剤を併用することが上記工程(3)における顔料の分散性の向上の点から好ましい。該分散性向上剤としては、アニオン界面活性剤、カチオン界面活性剤、ノニオン界面活性剤、両性界面活性剤等の各種界面活性剤を用いることができる。該界面活性剤は全体として、インク中に0.004~5重量%配合されることが好ましく、0.05~3重量%配合されることが更に好ましい。

【0039】上記アニオン界面活性剤としては、アルキルベンゼンスルホン酸塩、アルキルナフタレンスルホン酸塩、アルカン又はオレフィンスルホン酸塩、アルキル硫酸エステル塩、ポリオキシエチレンアルキル又はアルキルアリールエーテル硫酸エステル塩、アルキルリン酸塩、アルキルジフェニルエーテルジスルホン酸塩、エーテルカルボキシレート、アルキルスルホコハク酸エステル塩、 $\alpha$ -スルホ脂肪酸エステル、及び脂肪酸塩よりなる群から選ばれる界面活性剤や、高級脂肪酸とアミノ酸の縮合物、ナフテン酸塩等を用いることができる。好ましく用いられるアニオン界面活性剤は、アルキルベンゼンスルホン酸塩(とりわけ直鎖アルキルのもの)、アルカン又はオレフィンスルホン酸塩(とりわけ第2級アルカンスルホン酸塩、 $\alpha$ -オレフィンスルホン酸塩)、ア

ルキル硫酸エステル塩、ポリオキシエチレンアルキル又はアルキルアリールエーテル硫酸エステル塩（とりわけポリオキシエチレンアルキルエーテル硫酸エステル塩）、アルキルリン酸塩（とりわけモノアルキルのもの）、エーテルカルボキシレート、アルキルスルホコハク酸塩、 $\alpha$ -スルホ脂肪酸エステル、及び脂肪酸塩よりなる群から選ばれる界面活性剤であり、特に好ましくは、アルキルベンゼンスルホン酸塩（とりわけ直鎖アルキルのもの）、ポリオキシエチレンアルキル又はアルキルアリールエーテル硫酸エステル塩（とりわけポリオキシエチレンアルキルエーテル硫酸エステル塩）、及びアルキル硫酸エステル塩である。これらは単独で又は二種以上を組み合わせる用いることができる。

【0040】上記カチオン界面活性剤としては、脂肪族アミン塩、第4級アンモニウム塩、スルホニウム塩、及びホスフォニウム塩等を用いることができる。これらは単独で又は二種以上を組み合わせる用いることができる。

【0041】上記ノニオン界面活性剤としては、ポリオキシエチレンアルキルエーテル、ポリオキシエチレンアルキルアリールエーテル、ソルビタン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンソルビタン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンソルビトール脂肪酸エステル、グリセリン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレン脂肪酸エステル及びアルキル（ポリ）グリコキシドよりなる群から選ばれる界面活性剤等を用いることができる。好ましく用いられるノニオン界面活性剤は、ポリオキシエチレンアルキルエーテル及びポリオキシエチレンアルキルアリールエーテルより選ばれる界面活性剤等である。これらは単独で又は二種以上を組み合わせる用いることができる。

【0042】上記両性界面活性剤としては、アミノ酸型化合物、ベタイン型化合物等を用いることができる。

【0043】特に、上記界面活性剤を用いる場合には、アニオン界面活性剤を用いるか、又はアニオン界面活性剤とノニオン界面活性剤とを併用し、両者の配合量をそれぞれ0.01～5重量%（特に0.01～3重量%、とりわけ0.05～2重量%）とし、且つ両者の配合比を該アニオン界面活性剤：該ノニオン界面活性剤＝100：1～1：100（特に90：1～1：70、とりわけ70：1～1：50）の重量比となるように用いることが、印刷像の印字濃度、及び長期間保存下での分散安定性の向上の点から好ましい。

【0044】また、上記界面活性剤としてアニオン界面活性剤を用いる場合には、上記高分子分散剤と該アニオン界面活性剤とは、両者の配合比が該高分子分散剤：該アニオン界面活性剤＝1：2～30：1の重量比で用いられることが好ましい。該高分子分散剤の配合量が上記範囲を超えて多くなると、該高分子分散剤の顔料に対する濡れ性が不足し、分散性が低下することがある。一方、該アニオン界面活性剤の配合量が上記範囲を超えて

多くなると、インクの泡立ち性が増大し取り扱い性に劣ることがある。両者の配合比は、該高分子分散剤：該アニオン界面活性剤＝1：1～15：1であることが更に好ましく、1：1～10：1であることが一層好ましい。

【0045】上記インクにおいては、インクの記録紙への浸透性の向上と裏抜け（記録紙への裏側へのインクのしみ出し）防止とのバランスを図るために、ポリプロピレングリコールを配合することが好ましい。ポリプロピレングリコールは、その分子量が400～3000であることが好ましく、400～2000であることが更に好ましい。ポリプロピレングリコールは、インク中に0.01～3重量%配合されることが好ましく、0.01～1重量%配合されることが更に好ましい。

【0046】また、インクの乾燥性を向上させるために、脂肪族一価アルコールを配合することが好ましい。該脂肪族一価アルコールとしては、エチルアルコール、1-プロピルアルコール、及び2-プロピルアルコールのうちの一種又は二種以上を用いることが好ましく、1-プロピルアルコールを用いることが特に好ましい。該脂肪族一価アルコールは、インク中に好ましくは0.01～10重量%配合され、更に好ましくは0.1～8重量%配合される。特に、該脂肪族一価アルコールの配合量を、上記高分子分散剤の配合量との関係において、両者の配合比が該高分子分散剤：該脂肪族一価アルコール＝1：10～1：1となるように調整することにより、インクの乾燥性が一層向上する。

【0047】更に、インクの間欠吐出性を向上させるために、分子量が400～3500（特に、400～2000）であるポリエチレングリコールジサルフェート塩を配合することもできる。該ポリエチレングリコールジサルフェート塩は、インク中に0.01～3重量%配合されることが好ましく、0.01～1重量%配合されることが更に好ましい。

【0048】同様に、間欠吐出性を向上させるために、インクに糖類を配合することもできる。該糖類としては、D-グルコース、フルクトース、マルトース及びサッカロースのうちの一種又は二種以上を用いることが好ましく、サッカロースを用いることが特に好ましい。該糖類は、インク中に好ましくは0.1～5重量%配合され、更に好ましくは0.1～3重量%配合される。特に、該糖類の配合量を、上記高分子分散剤の配合量との関係において、両者の配合比が該高分子分散剤：該糖類＝20：1～1：5となるように調整することにより、間欠吐出性が一層向上する。

【0049】また同様に、間欠吐出性を向上させるために、インクにN-メチル-2-ピロリドンや1,3-ジメチル-2-イミダゾリジノン等の窒素含有複素環化合物を配合することもできる。該窒素含有複素環化合物は、インク中に好ましくは0.01～10重量%配合さ

10

20

30

40

50

れ、更に好ましくは0.1~5重量%配合される。

【0050】更に同様に、間欠吐出性を向上させるために、インクに非プロトン性極性溶媒を配合することもできる。該非プロトン性極性溶媒としては、ジメチルスルホキシド、及びスルホランのうちの一種又は二種以上を用いることが好ましい。該非プロトン性極性溶媒は、インク中に好ましくは0.01~10重量%配合され、更に好ましくは0.1~5重量%配合される。

【0051】間欠吐出性を向上させ得るこれらポリエチレングリコールジサルフェート塩、糖類、窒素含有複素環化合物、及び非プロトン性極性溶媒は、平均粒径が0.05~3 $\mu$ mである上記顔料と併用することにより間欠吐出性が更に一層向上する。

【0052】また、インクの定着性を向上させるために、アクリル系、水性ウレタン系、スチレン-ブタジエン系、ポリエステル系等のエマルジョンを配合することが好ましい。とりわけ、アクリル-ウレタン共重合体エマルジョンを配合することが好ましい。該エマルジョンとしては、アクリル-ウレタンブロック共重合体（アクリル鎖からなる主鎖の側鎖にウレタンがグラフトした共重合体）エマルジョンを用いることが好ましい。該エマルジョンにおける共重合体の重量平均分子量は10000~300000であることが好ましく、20000~250000であることが更に好ましい。該エマルジョンは、固形分濃度として、インク中に0.01~10重量%配合されることが好ましく、0.05~5重量%配合されることが更に好ましい。

【0053】同様に、インクの定着性を向上させるために重量平均分子量が800~300000であるポリエチレンイミンを配合することもできる。該ポリエチレンイミンとしては、アクリル鎖からなる主鎖の側鎖にグラフトされたポリエチレンイミン、水酸化処理されたポリエチレンイミン、及び両性イオン化されたポリエチレンイミンのうちの一種又は二種以上を用いることが好ましく、水酸化処理されたポリエチレンイミンを用いることが特に好ましい。該ポリエチレンイミンは、インク中に0.01~10重量%配合されることが好ましく、0.05~5重量%配合されることが更に好ましい。

【0054】また、上記インクに更に必要に応じてシリコーン系化合物等の消泡剤、クロロメチルフェノール系化合物等の防微剤、EDTA等のキレート剤、亜硫酸塩等の酸素吸収剤等を配合することもできる。

【0055】上記インクは、印刷像の印字濃度、特に黒色の印字濃度を向上させ得る点から、そのpHが9.5~13.0であることが好ましく、10.0~12.0であることが更に好ましい。pHを上記範囲内とするためには、インクにpH調整剤、例えばアミノアルコールを配合すればよい。該アミノアルコールとしては、モノエタノールアミン（例えば、2-アミノエタノール）、トリエタノールアミン等を用いることが好ましい。

【0056】本発明の製造方法により製造されたインクは、インクジェット記録方式を用いたプリンターであれば、如何なるプリンターにおいても用いることができる。例えば、プリンターヘッドに配設された発熱抵抗素子のヒーター等による熱エネルギーを用いて記録を行う熱ジェット記録方式のプリンター、及びプリンターヘッドに配設された圧電素子を用いて記録を行う圧電素子記録方式のプリンターの何れにも使用することができる。

【0057】以下、実施例をもって本発明の有効性を例示する。しかしながら、本発明の範囲はかかる実施例に制限されるものではない。尚、以下の例中、「部」及び「%」は特に断らない限りそれぞれ重量部及び重量%を表す。

【0058】〔実施例1〕まず、下記の成分をディゾルバーで30分間攪拌した。

・高分子分散剤A	4部
・ラウリル硫酸ナトリウム	4部
・ジエチレングリコール	7部
・モノエタノールアミン	1部
・水	64部

次いで、20部のカーボンブラック（1次粒子径20nm）を上記ディゾルバー中に添加し、更に攪拌を45分間行い該カーボンブラック予備分散させて顔料分散物を得た。上記顔料分散物を超音波処理装置（BRANSO N社製）中に入れて、出力1000W、周波数40kHz、印加エネルギー5W/kgの条件で超音波処理を行った。この超音波処理を3回繰り返し顔料粒子を十分に分散させた。分散終了後の上記顔料分散物に、上記高分子分散剤A、ラウリル硫酸ナトリウム、ジエチレングリコール、モノエタノールアミン、及び水を所定量添加して各成分の濃度が下記のようになるように該顔料分散物を希釈し、更に希釈液を遠心分離機で遠心分離（2500G、20分間）し、粗大粒子を除去してインクジェット記録用インクを得た。

・カーボンブラック	5%
・高分子分散剤A	2%
・ラウリル硫酸ナトリウム	2%
・ジエチレングリコール	7%
・モノエタノールアミン	1%
・水	83%

尚、上記高分子分散剤Aは、メタクリル酸のメトキシポリエチレングリコール（EO付加数：120個/分子）エステルとメタクリル酸ナトリウムとの共重合体である〔単量体のモル比（前者/後者）=30/70、表3参照〕。

【0059】得られたインクにおける顔料の分散性を評価するために、顔料の粒径分布の再現性を下記の方法で評価した。その結果を表1に示す。

【0060】〔顔料の粒径分布の再現性〕つぶゲージ（JIS K 5400 50 $\mu$ m）を用いて10回計



測し、得られた計測値の分散度をV、つぶゲージのサイズをZとし、値E〔(V/Z)×100〕から下記の評価基準で顔料の粒径分布の再現性を評価した。

評価基準

0<E<5・・・・・・◎

5≤E<15・・・・・・○

15≤E<50・・・・・・△

50≤E・・・・・・×

【0061】〔実施例2及び3並びに比較例1及び2〕

超音波処理の条件をそれぞれ250W、40kHz（実施例2）、2000W、40kHz（実施例3）、200W、40kHz（比較例1）、及び1000W、15kHz（比較例2）とする以外は実施例1と同様にしてインクを製造した。得られたインクについて実施例1と同様の評価を行った。その結果を表1に示す。尚、実施例及び比較例における顔料及び高分子分散剤の種類及び配合量は表2及び表3に示す通りである。

【0062】

【表1】

粒径分布の再現性		
実施例	1	◎
	2	○
	3	◎
比較例	1	×
	2	×

20

\*

顔料	A	カーボンブラック（一次粒子径：20nm）
	B	C. I. ピグメント・レッド81：1（一次粒子径：40nm）
	C	C. I. ピグメント・ブルー15：1（一次粒子径：30nm）
高分子分散剤	A	メタクリル酸のメトキシポリエチレングリコール（EO付加数：120個/分子）エステルとメタクリル酸ナトリウムの共重合体〔単量体のモル比（前者/後者）=30/70〕
	B	スチレンとアクリル酸ナトリウムとの共重合体〔単量体の重量比（前者/後者）=30/70〕

【0065】表1に示す結果から明らかな通り、特定範囲の出力及び周波数の条件下における超音波処理により顔料粒子を分散させて得られた実施例1～3のインクは、比較例で得られたインクに比して顔料の粒径分布の再現性に優れるものであることが分かる。

【0066】

【発明の効果】本発明の製造方法によれば、顔料の分散※

\*【0063】

【表2】

		顔料	高分子分散剤
実施例	1	A 5%	A 2%
	2	B 5%	B 2%
	3	C 5%	A 2%
比較例	1	A 5%	B 2%
	2	C 5%	B 2%

【0064】

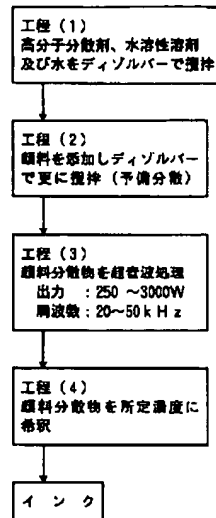
【表3】

※性が非常に向上し、且つ粒径が均一となるように顔料を分散させることができ、顔料の粒径分布の再現性に優れる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明のインクジェット記録用インクの製造方法の一実施形態のプロセスを表すフローチャートである。

【図1】



---

フロントページの続き

(72)発明者 鈴木 祥一  
栃木県芳賀郡市貝町赤羽2606 花王株式会  
社研究所内

(72)発明者 若林 繁美  
栃木県芳賀郡市貝町赤羽2606 花王株式会  
社研究所内

(72)発明者 辻井 善明  
栃木県芳賀郡市貝町赤羽2606 花王株式会  
社研究所内

(72)発明者 會田 健二  
栃木県芳賀郡市貝町赤羽2606 花王株式会  
社研究所内



Generate Collection

Print

L2: Entry 5 of 21

File: DWPI

Mar 3, 1998

DERWENT-ACC-NO: 1998-213010

DERWENT-WEEK: 199819

COPYRIGHT 2006 DERWENT INFORMATION LTD

TITLE: Ink-jet recording ink production - comprises subjecting pigment dispersion, comprising pigment, polymer dispersant, water-soluble solvent and water, to ultrasonic treatment to disperse pigment

PATENT-ASSIGNEE:

ASSIGNEE

KAO CORP

CODE

KAOS

PRIORITY-DATA: 1996JP-0213535 (August 13, 1996)

Search Selected

Search ALL

Clear

PATENT-FAMILY:

PUB-NO

PUB-DATE

LANGUAGE

PAGES

MAIN-IPC



JP 10060331 A

March 3, 1998

010

C09D011/00

APPLICATION-DATA:

PUB-NO

APPL-DATE

APPL-NO

DESCRIPTOR

JP 10060331A

August 13, 1996

1996JP-0213535

INT-CL (IPC): C09D 11/00; C09D 11/02

ABSTRACTED-PUB-NO: JP 10060331A

BASIC-ABSTRACT:

A pigment dispersion, comprising pigment, polymer dispersant, water-soluble solvent and water, is subjected to an ultrasonic treatment to disperse the pigment, under the condition of 250-3,000 W output and 20-50 kHz frequency, to produce the ink-jet recording ink.

Preferably the polymer dispersant is a copolymer of (meth)acrylic acid derivative obtained by polymerisation of monomer of formula  $C(R1)H=C(R2)(CH2)m1C(O)O(AO)nX$  (I) and monomer of formula  $C(R3)(R5)=C(R4)COOM1$  (II). In the formulae, R1, R2 = H, or lower alkyl; m1 = 0-2; AO = 2-3C oxyalkylene; n = 1-300; X = H, or lower alkyl; R3, R4, R5 = H, lower alkyl or  $(CH2)m2COOM2$ ; M1, M2 = H, alkali metal, alkaline earth metal, ammonium or amine; m2 = 0-2.

ADVANTAGE - The dispersibility of the pigment is improved and uniform particle size is obtained.

CHOSEN-DRAWING: Dwg.0/1

TITLE-TERMS: INK JET RECORD INK PRODUCE COMPRISE SUBJECT PIGMENT DISPERSE COMPRISE PIGMENT  
POLYMER DISPERSE WATER SOLUBLE SOLVENT WATER ULTRASONIC TREAT DISPERSE PIGMENT

DERWENT-CLASS: A97 G02 T04

CPI-CODES: A12-W07D; G02-A04A; G05-F03;

EPI-CODES: T04-G02C;

\* NOTICES \*

JPO and NCIPI are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

---

DETAILED DESCRIPTION

---

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Field of the Invention] This invention relates to the manufacture approach of the ink for ink jet record that a pigment can be distributed so that the dispersibility of a pigment may improve and particle size may become uniform in more detail, about the manufacture approach of the ink for ink jet record.

[0002]

[Description of the Prior Art] the drainage system pigment ink for ink jet record -- general -- aqueous solvents, such as water and alcohols, -- after preparing the pigment distribution object which carried out preliminary distribution of a pigment, the dispersant, etc. inside of the body, the distributed process which makes even predetermined extent distribute this pigment distribution object using mechanical dispersion machines, such as a roll mill and a sand mill, is performed, and it is prepared by subsequently diluting to predetermined concentration.

[0003] However, in the above-mentioned distributed process using a mechanical dispersion machine, it was not easy to obtain the pigment to which it is in the inclination which remains without crushing a pigment with a big particle size forever in ink, and particle size was equal. Moreover, the dispersibility of the pigment itself was not able to be said as the thing of extent which can never be satisfied, either. Such heterogeneity and low dispersibility of particle size of a pigment pose a big problem, when using the above-mentioned ink as ink for ink jet record.

[0004] Therefore, the purpose of this invention is to offer the manufacture approach of the ink for ink jet record that a pigment can be distributed so that the dispersibility of a pigment may improve and particle size may become uniform.

[0005]

[Means for Solving the Problem] The knowledge of the ability to attain the above-mentioned purpose by not depending distribution of a pigment distribution object on mechanical dispersion, but carrying out using the supersonic wave under the output of the specific range and the conditions of a frequency, as a result of this invention persons' inquiring wholeheartedly was carried out.

[0006] This invention be made based on the above-mentioned knowledge, give the pigment distribution object containing a pigment, a macromolecule dispersant, a water soluble solvent, and water to a sonication process under the output of 250-3000W, and the 20-50kHz conditions of a frequency, and attain the above-mentioned purpose by offer the manufacture approach of the ink for ink jet record characterize by distribute this pigment.

[0007]

[Embodiment of the Invention] Hereafter, 1 desirable operation gestalt of the manufacture approach of the ink for ink jet record of this invention is explained with reference to a drawing. Here, drawing 1 is a flow chart showing the process of 1 operation gestalt of the manufacture approach of the ink for ink jet record of this invention.

[0008] The process at which the manufacture approach of the operation gestalt shown in drawing 1 agitates a giant-molecule dispersant, a water soluble solvent, and water with a dissolver (1), The process (2) which adds a pigment and is further agitated with a dissolver (preliminary distribution), the process (3) which the pigment distribution object obtained by preliminary distribution is given [ process ] to the sonication process under predetermined conditions, and distributes a pigment, and the process (4) which dilutes the above-mentioned pigment distribution object to predetermined concentration are provided. Hereafter, these processes are explained, respectively.

[0009] In the above-mentioned process (1), a giant-molecule dispersant, a water soluble solvent, and water are agitated with a dissolver. in this case, as for the weight ratio of this macromolecule dispersant and the total quantity of a water soluble solvent and water, it is desirable to be referred to as former:latter =30:70-1:99 from the point of the solubility of this macromolecule dispersant and the completion viscosity (if viscosity is high -- easy -- air bubbles -- to mix -- degassing -- to carry out -- \*\*\*\*\*) of the mixture of a macromolecule dispersant, a water soluble solvent, and water, and being referred to as 15:85-5:95 is still more desirable. Moreover, churning time amount should just be sufficient time amount for the above-mentioned macromolecule dispersant to carry out the full dissolution. Although it depends for the

solubility of this macromolecule dispersant on a melting temperature, under the usual atmospheric temperature, as for churning time amount, it is desirable that it is 10 - 60 minutes, and it is still more desirable that it is 15 - 45 minutes.

[0010] In the above-mentioned process (2), a pigment is added into mixture with the giant-molecule dispersant, the water soluble solvent, and water which were obtained at the above-mentioned process (1), and it agitates further with a dissolver into it (preliminary distribution). In this case, as for the loadings of a pigment, it is desirable to be a water soluble solvent and a weight ratio with the total quantity of water, and to be referred to as total quantity = 20:80-2:98 of a pigment:water soluble solvent and water in consideration of the viscosity of the preliminary distribution object after stirring, and being referred to as 10:90-2:98 is still more desirable. Moreover, since churning time amount can consider equilibrium to adsorption in consideration of the penetration time of the dispersant on the front face of a pigment, it is desirable that it is 30 - 120 minutes, and it is still more desirable that it is 30 - 60 minutes. As for the concentration of the pigment in the pigment distribution object obtained in this process, it is desirable that it is 2 - 20 % of the weight from the point of the quality of printed character of everything as ink represented by printing concentration and the operability of a back process, and it is still more desirable that it is 2 - 10 % of the weight.

[0011] In the above-mentioned process (3), the pigment particle in the pigment distribution object obtained by preliminary distribution at the above-mentioned process (2) is distributed using sonication equipment. By being in the inclination which remains into ink, without crushing a pigment with a big particle size forever, and distributing a pigment particle by sonication according to this invention, although it was not easy to obtain the pigment to which particle size was equal if a pigment particle is distributed using a mechanical dispersion machine as above-mentioned, it is lost that a pigment with a big particle size remains forever, and the particle size of a pigment particle will also become uniform. Moreover, it becomes what distribution of the pigment in the ink obtained became very good, and was excellent in the repeatability of the particle size distribution of a pigment.

[0012] Let the conditions of the sonication in the above-mentioned process (3) be the output of 250-3000W, and the frequency of 20-50kHz. Although advance of distribution will become slow if the output in the above-mentioned sonication does not fulfill 250W, about [ that distribution of a pigment takes long duration ] and a big and rough molecule does not distribute, but particle size distribution becomes large, and a good result will be brought for distribution if 3000W are exceeded, the temperature control of ink becomes difficult or bad influences, such as change of the ink physical properties based on this, come out. As for the above-mentioned output, it is desirable that it is 300-2500W, and it is still more desirable that it is 500-2000W. Moreover, if it is in the inclination for particle size distribution to tend to become unstable, without distribution advancing and exceeds 50kHz as it stated also in advance too, when the frequency in the above-mentioned sonication was higher than the frequency used in the usual sonication and this frequency did not fulfill 20kHz, re-condensation of a pigment will take place, distribution will become unstable too, and desired particle size distribution will no longer be acquired.

[0013] Although it is dependent on the class of pigment in the above-mentioned pigment distribution object etc., as for the impression energy of the sonication in the above-mentioned process (3), it is desirable that it is 0.1 - 100 W/kg, and it is still more desirable that it is 1 - 50 W/kg. Since the rise of whenever [ solution temperature ] may become severe rather than advance of distribution of a pigment and ink physical properties and particle size distribution may shift from a target when distribution of a big and rough molecule may not fully advance especially unless the impression energy of sonication fulfills 0.1 W/kg, but particle size distribution may become large and 100 W/kg is exceeded, it is desirable to consider as above-mentioned within the limits.

[0014] In order to raise the dispersibility of a pigment particle, the sonication in the above-mentioned process (3) may perform 1 time of a process with an output, a predetermined frequency, and predetermined impression energy, and may repeat this two or more times.

[0015] In the above-mentioned process (4), the pigment distribution object with which the pigment particle was distributed in the above-mentioned process (3) is diluted to predetermined concentration, and ink is obtained. Let concentration of each component be the concentration of final ink by this dilution. As for dilution, it is desirable to carry out by mixing the above-mentioned pigment distribution object of the specified quantity with the macromolecule dispersant of the specified quantity, a water soluble solvent, and water at least.

[0016] Unless it is not restricted to the above-mentioned operation gestalt but deviates from the meaning of this invention, various modification gestalten are possible for the manufacture approach of this invention. For example, in the manufacture approach of this invention, although it is most effective to carry out in the above-mentioned process (3) as for a sonication process, in processes other than the above-mentioned process (3), you may ultrasonicate in the above-mentioned process (3) and other processes. Moreover, in the manufacture approach of the above-mentioned operation gestalt, the distributed process which used together mechanical dispersion machines, such as a roll mill and a sand mill, in addition to the sonication process may be performed. Moreover, in the manufacture approach of the above-mentioned operation gestalt, it is also desirable to carry out centrifugal separation (for example, for [ 2500 ] G or 20 minutes) of the ink with a centrifugal separator after the above-mentioned process (4). Since the ink which 2 micrometers or more of

particles 1 micrometers or more are preferably removed still more preferably by this centrifugal separation, and does not have blinding is obtained, it is desirable. Moreover, in the manufacture approach of the above-mentioned operation gestalt, the various components which are mentioned later if needed in addition to an above-mentioned component may be added, and ink may be manufactured. For example, in addition to a macromolecule dispersant and a water soluble solvent, in the above-mentioned process (1), surfactants, pH regulators, etc., such as an anionic surface active agent, may be agitated with water.

[0017] Next, the various components used for the ink manufactured by the manufacture approach of this invention are explained.

[0018] As for the water (desirably ion exchange water) in the above-mentioned ink, it is desirable for it to be used as a medium and to be blended 70 to 98% of the weight into ink, and it is still more desirable to be blended 85 to 95% of the weight.

[0019] If the above-mentioned water soluble solvent has a function as a wetting agent thru/or a moisturizer, there will be especially no limit in the class. For example, ethylene glycol, propylene glycol, a diethylene glycol, Glycols; glycerols, such as triethylene glycol, tetraethylene glycol, and a polyethylene glycol; Diethylene-glycol diethylether, The diethylene-glycol monobutyl ether, ethylene glycol monomethyl ether, Ethylene glycol monoethyl ether, ethylene glycol monobutyl ether, Methyl carbitol, ethyl carbitol, butyl carbitol, ethyl carbitol acetate, Diethyl carbitol, the triethylene glycol monomethyl ether, The ether of polyhydric alcohol, such as the triethylene glycol monoethyl ether and propylene glycol monomethyl ether, acetate; -- thiodiglycol; N-methyl-2-pyrrolidone; -- a kind of nitrogen-containing compounds, such as 1 and 3-dimethyl imidazolidinone; triethanolamine; formamide; dimethylformamide, and dimethyl sulfoxide or two sorts or more can be used. As for the above-mentioned water soluble solvent, it is desirable to be blended 0.1 to 30% of the weight into ink, and it is still more desirable to be blended 0.1 to 15% of the weight.

[0020] Especially a limit does not have the above-mentioned pigment in the class. For example Carbon black; The C.I. pigment yellow 1, 5, 12, 14, 17, 24, 42, 53, 83, 95, 97, and 98 and the 100; C.I. pigment red 1, 3, 4, 5, 17, 22, 31, 48, 49, 53, 63, 64, 81:1, and 88 And it is desirable to be able to use the; C.I. pigment black 1 and 11 grades for the 101; C.I. pigment blues 1, 15, 16, 27, 28, 29, 56, and 60 and 63 lists, and to use carbon black especially. As for the above-mentioned pigment, it is desirable to be blended one to 15% of the weight into ink, and it is still more desirable to be blended two to 10% of the weight. If the loadings of this pigment are not filled to 1% of the weight, printing concentration is inadequate, and since large improvement in printing concentration cannot be aimed at even if it uses it exceeding 15 % of the weight, it is desirable to consider as above-mentioned within the limits. Moreover, as for the above-mentioned pigment, it is desirable that the point of the improvement in preservation stability of ink to the mean particle diameter is 0.05-3 micrometers, and it is still more desirable that it is 0.05-1 micrometer.

[0021] When color-printing by the subtractive-color-mixture method using the ink manufactured by the manufacture approach of this invention, it is desirable to use the drainage system pigment ink set which consists of black, yellow, a Magenta, and four kinds of ink containing the pigment of each cyanogen. In this case, if the C.I. pigment blue 15:3 is used as a cyanogen pigment using the pigment chosen from the C.I. pigment red 48:3, 83, and 122 as a Magenta pigment using the pigment chosen from the C.I. pigment yellow 17 and 83 as a yellow pigment, using carbon black as a black pigment, since color reproduction nature will improve, it is desirable.

[0022] What may raise the dispersibility of the pigment in ink as the above-mentioned macromolecule dispersant is used. As this giant-molecule dispersant, natural rubber, such as protein, such as gelatin and casein, and gum arabic, Guru KOKISHIDO, such as a saponin, alkyl cellulose, carboxy alkyl cellulose, Cellulosics, such as a hydroxyalkyl cellulose, a ligninsulfonic acid salt, Naturally-occurring polymers, such as a shellac, polyacrylate, styrene-acrylic acid copolymer salt, Vinylnaphthalene-acrylic acid copolymer salt, styrene maleic acid copolymer salt, Nonionic giant molecules, such as anion nature giant molecules, such as vinylnaphthalene-maleic acid copolymer salt, sodium salt of beta-naphthalene sulfonic-acid formalin condensate, and polyphosphoric acid, polyvinyl alcohol, a polyvinyl pyrrolidone, and a polyalkylene glycol, etc. can be used. These are independent or can be used combining two or more sorts.

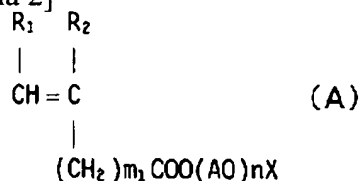
[0023] If the copolymer of an acrylic-acid (meta) derivative is used as the above-mentioned macromolecule dispersant, since the dispersibility of the pigment in the above-mentioned process (3) will improve further, the repeatability of the particle size distribution of a pigment will improve further and the prolonged preservation stability of ink will improve further especially, it is desirable. As for the copolymer of a \*\* (meta) acrylic-acid derivative, the monomer in which only an acrylic acid, methacrylic acid, or its derivative may be used for as a copolymerization component, and has an acrylic acid, methacrylic acid or its derivative, and polymerization nature may be used as a copolymerization component. (Meta) As a derivative of an acrylic acid, the compound (for example, a maleic acid, an itaconic acid, a citraconic acid, and a fumaric acid) with which the hydrogen atom combined with double bond carbon was permuted by various functional groups (for example, a carboxyl group and a carboxy alkyl group) is mentioned to the alkali-metal salt, an alkaline-earth-metal salt, ammonium salt or an amine salt and ester, and a list. The derivative of the acrylic acid which can introduce into the above-mentioned copolymer the side chain of the chain length of extent which may discover steric hindrance nature

especially (meta) is desirable.

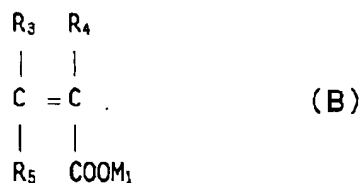
[0024] (Meta) Especially the thing used preferably is a copolymer [this copolymer is hereafter called "copolymer (I)"] obtained by carrying out the polymerization of the monomer (a) expressed with the following general formula (A), and the monomer (b) expressed with the following general formula (B) as a copolymer of an acrylic-acid derivative.

[0025]

[Formula 2]



(式中、 $R_1$  及び  $R_2$  は水素原子又は低級アルキル基を示し同一又は異なってもよく、 $m_1$  は 0 ~ 2 の整数を示し、 $AO$  は炭素数 2 ~ 3 のオキシアルキレン基を示し、 $n$  は 1 ~ 300 の整数を示し、 $X$  は水素原子又は低級アルキル基を示す。)



(式中、 $R_3$ 、 $R_4$  及び  $R_5$  は水素原子、低級アルキル基又は  $(CH_2)_{m_2} COOM_2$  を示し同一又は異なってもよく、 $M_1$  及び  $M_2$  は水素原子、アルカリ金属、アルカリ土類金属、アンモニウム又はアミンを示し同一又は異なってもよく、 $m_2$  は 0 ~ 2 の整数を示す。また、一般式 (B) においては、その酸無水物も含む。)

[0026] When the above-mentioned copolymer (I) is explained in full detail, it sets to the above-mentioned general formula (A), and is R1. And R2 A hydrogen atom or a low-grade alkyl group (preferably C1-C3) is shown as above-mentioned, and it may be the same or you may differ. Especially, it is R1. And R2 Both are hydrogen atoms or it is R1. It is R2 at a hydrogen atom. It is desirable that it is a methyl group.  $m_1$  The integer of 0-2 is shown and it is 0 or 1 preferably.  $AO$  shows the oxy-alkylene group (namely, an oxyethylene radical or an oxypropylene radical) of carbon numbers 2-3, and is an oxyethylene radical preferably.  $n$  shows the integer of 1-300, is the integer of 2-150 preferably, and is the integer of 4-130 still more preferably. When distributed stability could not be enough demonstrated when  $n$  was 0, but the viscosity of ink rises when  $n$  exceeded 300, for example, it uses for an ink jet printer, it may have a bad influence on regurgitation behavior.  $X$  shows a hydrogen atom or a low-grade alkyl group (preferably C1-C5), and is a hydrogen atom, a methyl group, or an ethyl group preferably.

[0027] Although it is desirable as a compound expressed with the above-mentioned general formula (A), as an example A methoxy polyethylene glycol, a methoxy polyethylene polypropylene glycol, An ethoxy polyethylene glycol, an ethoxy polyethylene polypropylene glycol, A piece end alkyl blockade polyalkylene glycol and acrylic acids, such as a propoxy polyethylene glycol and a propoxy polyethylene polypropylene glycol, An esterification object with the dehydrogenation (oxidation) reactant of a methacrylic acid or a fatty acid, and the ethylene oxide to the dehydrogenation (oxidation) reactant of an acrylic acid, a methacrylic acid, or a fatty acid and a propylene oxide addition product are mentioned. In the compound expressed with the above-mentioned general formula (A), when making the both sides of ethylene oxide and propylene oxide add, mutual either random addition and block addition or addition etc. can be used. In this case, as for the addition mole ratio (former: latter) of ethylene oxide and propylene oxide, it is desirable that it is 10:90-90:10, and it is still more desirable that it is 10:90-60:40.

[0028] As a compound expressed with the above-mentioned general formula (B), partial saturation dicarboxylic acid and its salt are mentioned to partial saturation monocarboxylic acid and its salt list. Specifically, the maleic anhydride, the itaconic acid anhydride, and the anhydrous citraconic acid which are these acid anhydrides are mentioned to an acrylic acid, a methacrylic acid, and a crotonic-acid list in these alkali-metal salts, an alkaline-earth-metal salt, ammonium salt,

and an amine salt list at these metal salts, the maleic acid which is a partial saturation dicarboxylic acid system monomer, an itaconic acid, a citraconic acid, and a fumaric-acid list.

[0029] In the above-mentioned copolymer (I), it is desirable that the above-mentioned monomer (a) and the mole ratio [(Monomer a) / monomer (b)] of (b) are 0.1 / 100 - 100/100, and it is still more desirable that it is 1 / 100 - 70/100. If the ratio of this monomer (a) is smaller than this, distributed preservation stability will be spoiled, and when the ratio of this monomer (a) is larger than this, there is a possibility that the solubility over water may fall and dispersibility may fall. That is, by making this monomer (a) and the mole ratio of (b) into this within the limits, since it becomes the macromolecule dispersant which was excellent in dispersibility and was excellent in distributed preservation stability, it is desirable.

[0030] In the above-mentioned copolymer (I), other copolymerizable monomers may be further used as a copolymerization component within limits which do not spoil the function as the macromolecule dispersant. As this monomer, acrylonitrile (meta), acrylamide (meta), styrene, a styrene sulfonic acid, etc. are mentioned.

[0031] The above-mentioned monomer (a) and the copolymerization format of (b) can take the copolymerization format of random copolymerization, block copolymerization, alternating copolymerization, and graft copolymerization, and especially unless the function as a macromolecule dispersant of the copolymer (I) obtained is spoiled, they are not restricted.

[0032] Since the above-mentioned copolymer (I) has a possibility of the viscosity of ink rising and reducing the engine performance of ink when it became the amount of macromolecules and it is made into that thicken and deal with it and it is inferior to a sex, and ink, it is desirable for the weight average molecular weight to be 5000-200,000, and it is still more desirable that it is 5000-70,000.

[0033] It is desirable to use the copolymer obtained by carrying out the polymerization of the oxy-alkylene group still more preferably especially preferably per molecule from the point of dispersibility and the preservation stability of a distributed object in 1-300 pieces, and the polyalkylene glycol monoester system monomer (especially, [the polyalkylene glycol ester of an acrylic acid (meta) or alkoxy polyalkylene glycol ester]) and acrylic-acid (meta) system monomer introduced 4-130 pieces much more preferably 2-150 pieces also in the above-mentioned copolymer (I).

[0034] The preparation approach of the above-mentioned copolymer (I) is not restricted especially unless the function as a macromolecule dispersant of this copolymer (I) is spoiled, but the well-known preparation approach is used conventionally. The approach of a publication etc. is mentioned [ the 4th column of 42 lines of JP,7-223852,A - column / of 11 lines / 5th ] as an example of the preparation approach.

[0035] Although the reason especially whose dispersibility of the pigment in the above-mentioned process (3) improves by using the copolymer, especially the above-mentioned copolymer (I) of an acrylic-acid derivative as the above-mentioned macromolecule dispersant (meta) is not certain, it is guessed that it is as follows. That is, the above-mentioned copolymer (I) is set in ink, and while the part (for example, carbonyl part) which has a charge in the molecule sticks to a pigment front face, the polyoxyalkylene group of a side chain encloses the front face of this pigment, where the method of outside is turned to. Since chain length is long and this polyoxyalkylene group has high steric hindrance nature, condensation of pigments is checked by this polyoxyalkylene group. Consequently, it is thought that the dispersibility and preservation stability of a pigment in the above-mentioned process (3) improve. Since it is notably discovered especially when pH of ink is high, as for the steric hindrance nature by the above-mentioned polyoxyalkylene group, it is desirable to set pH of ink as a high field so that it may mention later.

[0036] As for the above-mentioned macromolecule dispersant, it is desirable to be blended 0.05 to 10% of the weight into ink. Since only the loadings which fully stabilize a pigment are not reached unless it fills the loadings of this macromolecule dispersant to 0.05% of the weight, when preservation stability may be missing and it exceeds 10 % of the weight, the viscosity of about [ that neither dispersibility nor preservation stability improves any more ] or ink may be raised. As for the loadings of this macromolecule dispersant, it is still more desirable that it is 0.1 - 4 % of the weight, and it is much more desirable that it is 0.5 - 3 % of the weight.

[0037] The component which is described below in addition to the above-mentioned component can also be blended with the ink manufactured by the manufacture approach of this invention if needed.

[0038] In the above-mentioned ink, it is desirable from the point of improvement in the dispersibility of the pigment in the above-mentioned process (3) to use a dispersibility improver together with the above-mentioned macromolecule dispersant. As this dispersibility improver, various surfactants, such as an anionic surface active agent, a cationic surface active agent, a nonionic surface active agent, and an amphoteric surface active agent, can be used. As a whole, as for this surfactant, it is desirable to be blended 0.004 to 5% of the weight into ink, and it is still more desirable to be blended 0.05 to 3% of the weight.

[0039] The surfactant chosen from the group which consists of alkylbenzene sulfonates, alkylnaphthalenesulfonate, an alkane or an olefin sulfonate, an alkyl-sulfuric-acid ester salt, polyoxyethylene alkyl or an alkyl aryl ethereal sulfate ester salt, alkyl phosphate, alkyl diphenyl ether disulfon acid chloride, ether carboxylate, an alkyl sulfo succinate salt, alpha-



sulfo fatty acid ester, and a fatty-acid salt as the above-mentioned anionic surface active agent, the condensate of a higher fatty acid and amino acid, naphthenate, etc. can be used. The anionic surface active agent used preferably Alkylbenzene sulfonates (especially thing of straight chain alkyl), an alkane or an olefin sulfonate (especially -- the 2nd class alkane sulfonate --) Alpha-olefin sulfonate, an alkyl-sulfuric-acid ester salt, polyoxyethylene alkyl, or an alkyl aryl ethereal sulfate ester salt (especially polyoxyethylene-alkyl-ether sulfate salt), Alkyl phosphate (monoalkyl thing especially), ether carboxylate, It is the surfactant chosen from the group which consists of alkyl sulfo succinate, alpha-sulfo fatty acid ester, and a fatty-acid salt. Preferably especially They are alkylbenzene sulfonates (especially thing of straight chain alkyl), polyoxyethylene alkyl or an alkyl aryl ethereal sulfate ester salt (especially polyoxyethylene-alkyl-ether sulfate salt), and an alkyl-sulfuric-acid ester salt. These are independent or can be used combining two or more sorts.

[0040] As the above-mentioned cationic surface active agent, alkylamine salt, quaternary ammonium salt, sulfonium salt, a HOSUFONIUMU salt, etc. can be used. These are independent or can be used combining two or more sorts.

[0041] The surfactant chosen from the group which consists of polyoxyethylene alkyl ether, polyoxyethylene alkyl aryl ether, a sorbitan fatty acid ester, polyoxyethylene sorbitan fatty acid ester, polyoxyethylene sorbitol fatty acid ester, a glycerine fatty acid ester, polyoxyethylene fatty acid ester, and alkyl (Pori) glycoxyde as the above-mentioned nonionic surface active agent can be used. The nonionic surface active agent used preferably is a surfactant chosen from polyoxyethylene alkyl ether and polyoxyethylene alkyl aryl ether. These are independent or can be used combining two or more sorts.

[0042] As the above-mentioned amphoteric surface active agent, an amino acid mold compound, a betaine mold compound, etc. can be used.

[0043] In using the above-mentioned surfactant especially, [ whether an anionic surface active agent is used and ] Or an anionic surface active agent and a nonionic surface active agent are used together, and it is 0.01 - 5 % of the weight (0.01 to 3% of the weight especially) about both loadings, respectively. especially -- 0.05 - 2 % of the weight -- carrying out -- and both compounding ratio -- this anionic surface active agent: -- this -- using so that it may become the weight ratio of nonionic surface active agent =100:1-1:100 (especially 90:1-1:70, especially 70:1 - 1:50) -- the printing concentration of a printing image -- And it is desirable from the point of improvement in the distributed stability under prolonged preservation.

[0044] moreover -- the case where an anionic surface active agent is used as the above-mentioned surfactant -- the above-mentioned macromolecule dispersant and this anionic surface active agent -- both compounding ratio -- this macromolecule dispersant: -- this -- it is desirable to be used by the weight ratio of anionic surface active agent =1:2-30:1. When the loadings of this macromolecule dispersant increase across the above-mentioned range, the wettability to the pigment of this macromolecule dispersant may be insufficient, and dispersibility may fall. On the other hand, when the loadings of this anionic surface active agent increase across the above-mentioned range, the whippability of ink may increase and it may be inferior to handling nature. both compounding ratio -- this macromolecule dispersant: -- this -- it is still more desirable that it is anionic surface active agent =1:1-15:1, and it is much more desirable that it is 1:1-10:1.

[0045] In the above-mentioned ink, in order to aim at balance of improvement in the permeability to the detail paper of ink, and strike-through (exudation of ink to background to detail paper) prevention, it is desirable to blend a polypropylene glycol. As for a polypropylene glycol, it is desirable that the molecular weight is 400-3000, and it is still more desirable that it is 400-2000. As for a polypropylene glycol, it is desirable to be blended 0.01 to 3% of the weight into ink, and it is still more desirable to be blended 0.01 to 1% of the weight.

[0046] Moreover, in order to raise drying [ of ink ], it is desirable to blend aliphatic series monohydric alcohol. As this aliphatic series monohydric alcohol, it is desirable to use a kind of ethyl alcohol, 1-propyl alcohol, and the 2-propyl alcohol or two sorts or more, and especially the thing for which 1-propyl alcohol is used is desirable. Into ink, this aliphatic series monohydric alcohol is blended 0.01 to 10% of the weight preferably, and is blended 0.1 to 8% of the weight still more preferably. especially -- the loadings of this aliphatic series monohydric alcohol -- relation with the loadings of the above-mentioned macromolecule dispersant -- setting -- both compounding ratio -- this macromolecule dispersant: -- this -- drying [ of ink ] improves further by adjusting so that it may be set to aliphatic series monohydric-alcohol =1:10-1:1.

[0047] Furthermore, in order to raise the intermittent dischargeability of ink, molecular weight can also blend the polyethylene-glycol JISARUFETO salt which are 400-3500 (especially 400-2000). As for this polyethylene-glycol JISARUFETO salt, it is desirable to be blended 0.01 to 3% of the weight into ink, and it is still more desirable to be blended 0.01 to 1% of the weight.

[0048] Similarly, a saccharide can also be blended with ink in order to raise intermittent dischargeability. As this saccharide, it is desirable to use a kind of D-glucose, a fructose, a maltose, and the saccharoses or two sorts or more, and especially the thing for which saccharose is used is desirable. Into ink, this saccharide is blended 0.1 to 5% of the weight preferably, and is blended 0.1 to 3% of the weight still more preferably. especially -- the loadings of this saccharide -- relation with the loadings of the above-mentioned macromolecule dispersant -- setting -- both compounding ratio -- this

macromolecule dispersant: -- this -- intermittent dischargeability improves further by adjusting so that it may be set to saccharide =20:1-1:5.

[0049] Moreover, similarly, in order to raise intermittent dischargeability, nitrogen content heterocyclic compounds, such as a N-methyl-2-pyrrolidone and 1,3-dimethyl-2-imidazolidinone, can also be blended with ink. Into ink, this nitrogen content heterocyclic compound is blended 0.01 to 10% of the weight preferably, and is blended 0.1 to 5% of the weight still more preferably.

[0050] Furthermore, similarly, in order to raise intermittent dischargeability, an aprotic polar solvent can also be blended with ink. As this aprotic polar solvent, it is desirable to use a kind of dimethyl sulfoxide and the sulfolanes or two sorts or more. Into ink, this aprotic polar solvent is blended 0.01 to 10% of the weight preferably, and is blended 0.1 to 5% of the weight still more preferably.

[0051] Intermittent dischargeability of an aprotic polar solvent [ these polyethylene-glycols JISARUFETO salt that may raise intermittent dischargeability, a saccharide, a nitrogen content heterocyclic compound, and ] improves further further by using together with the above-mentioned pigment whose mean particle diameter is 0.05-3 micrometers.

[0052] Moreover, in order to raise fixable [ of ink ], it is desirable to blend emulsions, such as acrylic, an aqueous urethane system, a styrene-butadiene system, and a polyester system. It is especially desirable to blend an acrylic-urethane copolymer emulsion. As this emulsion, it is desirable to use an acrylic urethane block-copolymer (copolymer in which urethane carried out graft to side chain of principal chain which consists of acrylic chain) emulsion. As for the weight average molecular weight of the copolymer in this emulsion, it is desirable that it is 10000-300000, and it is still more desirable that it is 20000-250000. As solid content concentration, as for this emulsion, it is desirable to be blended 0.01 to 10% of the weight into ink, and it is still more desirable to be blended 0.05 to 5% of the weight.

[0053] Similarly, in order to raise fixable [ of ink ], weight average molecular weight can also blend the polyethyleneimine which is 800-300000. It is desirable to use a kind of the polyethyleneimine by which the graft was carried out to the side chain of the principal chain which consists of an acrylic chain as this polyethyleneimine, the polyethyleneimine by which hydroxylation processing was carried out, and the dipolar-ion-ized polyethyleneimine, or two sorts or more, and especially the thing for which the polyethyleneimine by which hydroxylation processing was carried out is used is desirable. As for this polyethyleneimine, it is desirable to be blended 0.01 to 10% of the weight into ink, and it is still more desirable to be blended 0.05 to 5% of the weight.

[0054] Moreover, oxygen absorbents, such as chelating agents, such as antifungal agents, such as defoaming agents, such as a silicone system compound, and a chloro methyl phenol system compound, and EDTA, and a sulfite, etc. can also be further blended with the above-mentioned ink if needed.

[0055] As for the above-mentioned ink, it is desirable that the point which may raise the printing concentration, especially the black printing concentration of a printing image to the pH is 9.5-13.0, and it is still more desirable that it is 10.0-12.0. What is necessary is just to blend pH regulator, for example, amino alcohol, with ink, in order to consider as above-mentioned [ pH ] within the limits. As this amino alcohol, it is desirable to use monoethanolamine (for example, 2-aminoethanol), triethanolamine, etc.

[0056] The ink manufactured by the manufacture approach of this invention can be used in any printers, if it is the printer which used the ink jet recording method. For example, it can be used for both the printer of the heat jet recording method which records using the heat energy at the heater of the exoergic resistance element arranged by the printer head etc., and the printer of the piezoelectric-device recording method which records using the piezoelectric device arranged by the printer head.

[0057] Hereafter, the effectiveness of this invention is illustrated with an example. However, the range of this invention is not restricted to this example. In addition, among the following examples, especially the "section" and "%", unless it refuses, weight section and weight % is expressed, respectively.

[0058] [Example 1] The following component was first stirred for 30 minutes with the dissolver.

- The macromolecule dispersant A 4 sections and sodium lauryl sulfate 4 sections and a diethylene glycol 7 sections and monoethanolamine 1 section and water By 64 \*\*\*\*\*, the carbon black (primary particle diameter of 20nm) of the 20 sections was added in the above-mentioned dissolver, deed this carbon black preliminary distribution of the churning was further carried out for 45 minutes, and the pigment distribution object was obtained. The above-mentioned pigment distribution object was put in into sonication equipment (product made from BRANSON), and it ultrasonicated on condition that output 1000W, the frequency of 40kHz, and impression energy 5 W/kg. The repeat pigment particle was fully distributed for this sonication 3 times. This pigment distribution object was diluted so that specified quantity addition of the above-mentioned giant-molecule dispersant A, sodium lauryl sulfate, a diethylene glycol, monoethanolamine, and the water might be carried out and the concentration of each component might be as follows in the above-mentioned pigment distribution object after distributed termination, centrifugal separation (for [ 2500 ] G or 20 minutes) of the diluent was further carried out with the centrifugal separator, the big and rough particle was removed, and the ink for ink jet record was obtained.

- Carbon black 5% and the macromolecule dispersant A 2% and sodium lauryl sulfate 2% and a diethylene glycol 7% and monoethanolamine 1% and water In addition, the above-mentioned giant-molecule dispersant A is the copolymer of the methoxy polyethylene-glycol (number of EO addition: 120-piece / molecule) ester of a methacrylic acid, and sodium methacrylate 83% [mole-ratio (former/latter) =30/[ 70 table ] of a monomer 3 reference].

[0059] In order to evaluate the dispersibility of the pigment in the obtained ink, the following approach estimated the repeatability of the particle size distribution of a pigment. The result is shown in Table 1.

[0060] [Repeatability of the particle size distribution of a pigment] It measured 10 times using grain GE - JI (JIS K 5400 50micrometer), and size of V and a grain gage was set to Z for the degree of dispersion of the obtained measurement value, and the following valuation basis estimated the repeatability of the particle size distribution of a pigment from value E [(V/Z) x100].

Valuation basis [ ..... x [0061] ] 0< E<5 ..... O5 <=E<15 ..... O15 <=E<50 ..... \*\*50<=E [Examples 2 and 3 and examples 1 and 2 of a comparison] Ink was manufactured like the example 1 except setting the conditions of sonication to 250W, 40kHz (example 2), 2000W, 40kHz (example 3), 200W, 40kHz (example 1 of a comparison) and 1000W, and 15kHz (example 2 of a comparison), respectively. The evaluation same about the obtained ink as an example 1 was performed. The result is shown in Table 1. In addition, the class and loadings of the pigment in an example and the example of a comparison and a macromolecule dispersant are as being shown in Table 2 and 3.

[0062]

[Table 1]

粒径分布の再現性		
実施例	1	◎
	2	○
	3	◎
比較例	1	×
	2	×

[0063]

[Table 2]

		顔料	高分子分散剤
実施例	1	A 5%	A 2%
	2	B 5%	B 2%
	3	C 5%	A 2%
比較例	1	A 5%	B 2%
	2	C 5%	B 2%

[0064]

[Table 3]

顔料	A	カーボンブラック（一次粒子径：20nm）
	B	C. I. ピグメント・レッド81：1（一次粒子径：40nm）
	C	C. I. ピグメント・ブルー15：1（一次粒子径：30nm）
高分子分散剤	A	メタクリル酸のメトキシポリエチレングリコール（EO付加数：120個／分子）エステルとメタクリル酸ナトリウムの共重合体 〔単量体のモル比（前者／後者）=30／70〕
	B	スチレンとアクリル酸ナトリウムとの共重合体 〔単量体の重量比（前者／後者）=30／70〕

[0065] It turns out that the ink of the examples 1-3 which were made to distribute a pigment particle by the output of the specific range and sonication under the conditions of a frequency, and were acquired is what is excellent in the repeatability of the particle size distribution of a pigment as compared with the ink obtained in the example of a comparison a passage clear from the result shown in Table 1.

[0066]

[Effect of the Invention] According to the manufacture approach of this invention, a pigment can be distributed so that the dispersibility of a pigment may improve very much and particle size may become uniform, and it excels in the repeatability of the particle size distribution of a pigment.

---

[Translation done.]